This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

JP-A-2001-098220

L6 ANSWER 1 OF 1 WPIDS (C) 2003 THOMSON DERWENT

AN 2001-477873 [52] WPIDS

DNC C2001-143408

TI Photocatalyst coating for nitrogen oxide removal in air, comprises semiconductor oxide activated by visible rays and stabilized by oxygen defect and an organic polysiloxane.

DC A26 A82 D15 E32 G02 L01 L03 M13

PA (KANK-N) KANKYO DEVISE KENKYUSHO YG

CYC 1

PI JP 2001098220 A 20010410 (200152)*

8p <---

(*:

ADT JP 2001098220 A JP 1999-275289 19990928

PRAI JP 1999-275289 19990928

AN 2001-477873 [52] WPIDS

AB JP2001098220 A UPAB: 20010914

NOVELTY - Photocatalyst coating, consists of an organic polysiloxane and a photocatalyst particle.

The photocatalyst particle is semiconductor oxide stabilized by oxygen defect, and activated by visible rays.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for goods, obtained by coating a base material surface with photocatalyst coat.

USE – For coating base material such as outer wall surface of a building, a roof outer surface, inner or outer surface of window glass, the wall surface of a chamber, floor or ceiling surface, blind, curtain, protection wall of a road, the inner wall of a tunnel, the outer surface of a floodlight or a reflecting surface, the internal equipment surface of a vehicle, mirror surface to form goods having nitrogen oxide removal capacity in air (claimed).

ADVANTAGE - The coating contains photocatalyst which can use visible rays when compared to conventional coatings.

(19) 日本国格部庁 (JP)

€ 公被 盐 华 噩 4 22

特開2001-98220 (11) 物許出國公開番号

,)

(P2001 - 98220A)

平成13年4月10日(2001.4.10) 最終買下統へ 最終頁に被く 17-1-1-(数数) 4D050 46069 4G028 4 J 0 3 8 埼玉県入間市小谷田3丁目7番4号 种疾川県梭浜市青葉区梭が丘12-37 (外2名) 有限会社環境デバイス研究所 全8周 ZABA 101 井型士 塩南 東夫 未開末 開末項の数20 OL (43)公阳日 **初配 南** 597023905 100092635 31/08 B 0 1 J 21/06 32/02 C02F 1/72 C 0 9 D 183/04 (71)出版人 (72) 発明者 (74)代理人 報を配送 平成11年9月28日(1999.9.28) 校园平11-275289 **地田田中** ZAB 101 31/08 32/02 1/25 C09D 183/04 (21)出版器母 C02F (51) Int.C. B01J (22) 出版日

(54) [発明の名称]

る防薬用コーティング及びこのコーティングを用いた妨

び光触媒粒子からなるコーティングであって、前配光触 **なが安定した砂奈欠陥を有し、可視光照射下で活性を有** する欧化物半導体である防衛用光触媒コーティング。こ 【解決手段】 有機ポリシロキサン化合物の面縮合物及

防衛用光触棋コーティング及びこのコーティングを有する他品

(57) [聚約]

【暇圀】 可視光ぬも利用可能な新たな光触媒を含有す 英用物品を提供すること、 Oコーディングを描材装面に取けた防薬用物品。

|特許請求の範囲|

び光勉媒粒子からなるコーティングであって、前配光勉 媒が安定した酸素欠陥を有し、可視光照射下で活性を有 する酸化物半導体であることを特徴とする防薬用光触媒 |耕水項1] 有機ポリシロキサン化合物の重縮合物及 コーティング

「請求項2] 欧化物半導体が二酸化チタンである請求 項1に記録のコーケィング。

【静泉項3】 二酸化チタンがアナターゼ型またはルチ ^型である請求項2に記載のコーティング。

【前求項4】 X線光電子分光法により得られるチタン の2 p 電子に帰属されるピークの面積に対する、チタン と結合している徴茶の1。低子に帰属されるピークの面 積の比 (01s/Ti2p) が1. 99以下である請求 項2または3に配做のコーティング。

【精求項5】 面積比 (01s/Ti2p) が1.5~ [群求項6] 面積比 (O1s/Ti2p) が1週間以 上実質的に一定している請求項2~5のいずれか1項に 1. 95の箱囲である財水項4に配位のコーティング。 的数のコードイング。

【耕状項7】 其空中、77K、時無下で溜定されたES Rにおいて、g値が2.003~4であるシグナルが観 強され、かつこの8値が2.003~4たものシグナル は真空中、77Kにおいて少なくとも420nm~60 0 n m範囲の波長の光を照射下で測定した場合、上記暗 本項1~6のいずれか1項に記載のコーティング。

【静水項8】 英空中、77K、暗風下で副定された g 値 空中、77Kにおいて少なくとも420mm~600n m範囲の被長の光を照射下で湖定した g 値が2. 003 が2. 003~4であるESRシグナルの強度10と項 ~4であるESRシグナルの独度11との比率(11/10)が 1である請求項7に記憶のコーティング。

【静水項9】 真空中、77K、暗黒下で測定されたES Rにおいて、g値が1.96を示す丁;34に帰属される シグナルが実質的に観測されない、請求項1~8のいず れか1項に記載のコーティング

るシグナルを有する、財水型1~8のいずれか1項に配 【開末項10】 真空中、77K、暗黒下で測定されたE SRにおいて、g値が1. 96を示すて13+に帰属され 気のコードメング。

「開求項11】 酸化物半導体が酸化ハフニウム、酸化 たけ遠元活性である腑水項1~11のいずれか1項に記 ジルコニウム、チタン酸ストロンチウム、酸化チタンー 敵化ジルコニウム複合酸化物または酸化建築-酸化チタ 【前求項12】 可視光照射下での活性が、酸化活性ま ン複合数化物である請求項1に配載のコーティング。 気のロールメング。

2 | 操化合物の加水分解物である請求項1~12のいずれか 【錦水項13】 有機ポリシロキサン化合物が、有機建

「頃に記載のコーティング。

【開求項14】 有做建業化合物がアルキル基及びアル 【間求項15】コロイド状酸化物をさらに含有する語求 【酢求項16】 コロイド状酸化物がコロイド状シリカ 【開求項17】 吸遊剤をさらに含有する請求項1~1 コキシ基を有する酸水項13に配板のコーティング 頃1~1 4のいずれか1項に配数のコーティング である請求項15に記憶のコーティング。

【酵求項18】 吸着剤がゼオライトまたは陌性炭であ 6のいずれか1項に記憶のコーティング。 る財状項17に配数のコーティング。

[静水項19] 静水項1~18のいずれか1項に配億 のコーティングを基材表面に散けたことを特徴とする訪

【静水項20】 基材が堤防、梅、河川若しくは御等の 觀岸、防波場若しくは榕造物、橋若しくは桟橋等の協脚 外面、陸嶽物の外壁面、屋根外面屋上面、窓ガラス外面 **若しくは愈ガラス内面、ಐ屋の壁面、床面岩しくは天井** 面、プラインド、道路の妨礙壁、トンネルの内壁、照明 灯の外面指しくは反対面、プールの簡内盟若しくは底

部、プールサイドの床面、または船舶の船底、外壁若し くはデッキである精水項19に記載の物品。

[発明の詳細な説明] [000]

【発明が風する技術分野】本発明は、可視光活性を有す る光触媒を含有する防磁用コーティング及びこのコーテ イングを用いた防盗用物品に関する。 [0002]

|従来の技術及び発明が解決しようとする即題| 光触媒 を用いて脱臭や殺菌を行うことは額々後討され、実用化 されているものもある。例えば、WO94/11092 号には室内照明下における光勉媒による空気処理方法が いずれの場合も、二酸化チタン等の酸化物半導体を光触 **媒として用いるものであり、励起光として400nm以** 朋示されている。また特別平7-102678号には、 光触媒を用いた院内邸塾の防止方法が開示されている。 Fの紫外線が必要である。

[0003] ところが、励起光顔となる太陽光や人工光 は、可視光線は利用されておらず、エネルギー変数効率 という観点からは、非常に非効率的であった。二酸化チ タンにクロム毎の金属イオンをイオン注入法により注入 することにより可視光領域でも光触媒活性が得られるこ とは知られているが、方法が大がかりであり、実用化に には、紫外線以外に可視光線も含まれている。しかし、 上記二酸化チタン等の酸化物半導体からなる光触媒で \$

媒活性を向上させることができること((チェッ)されている 【0004】ところで、二数化チタンにプラズマCVD法 こよりTiCコーティングをすることで、紫外線による独 (仲間平9-87857号公仰)。しかし、Ticとフィングによ

3

って可視光線による光触媒活性が得られるとは配喰され

[0005]また、光勉媒を実用するためには、穏々の 平8-164334号公報、特開平8-67835号公 段、怜閒平8-155308号公假、特開平10-66 830号公報、特許第2756474号毎に記載のもの を挙げることができる。しかるに、いずれの勉膜も使用 している敬化チタンが可視光線による光触媒活性を有す るものではないため、十分な性値が得られなかったのが る. 敬化チタンを含有する敛膜としては、例えば、特阻 苗板に酸化チタンを含有する強膜を形成する必要があ

節な新たな光柏媒を含有する防薬用コーティングを提供 [0006] そこで本発明の目的は、可視光線も利用可 することにある。さらに本強明の目的は、上記コーティ ングを用いた防薬用物品を提供することにある。 00071

とを怜徴とする妨礙用光触媒コーティングに関する。敵 【蝦題を解決するための手段】本発明は、有機ポリシロ キサン化合物の重縮合物及び光触媒粒子からなるコーテ 可視光照射下で活性を有する酸化物半導体であるこ 化物半導体としては、二酸化チタンを初めとして、酸化 ハフニウム、酸化ジルコニウム、チタン酸ストロンチウ 4、 酸化チタン-酸化ジルコニウム複合酸化物及び酸化 ンであって安定した敵袋久陥を有し、可視光照射下で優 上配光触媒としては、例えば、アナターゼ型二酸化チタ イングであって、前配光柏媒が安定した敵森火路を有 珪森-磁化チタン複合酸化物等を挙げることができる。 れた活性を有する触媒を挙げることができる。

[0008]また、本発明は、上配本発明のコーティン /を基材表面に散けたことを特徴とする物品に関する。

【発明の実施の形態】以下本発明についてさらに説明す る。本発明で使用する光触媒は、安定した酸茶欠陥を有 する酸化物半導体であり、可視光照射下で活性を有する 酸ストロンチウム、酸化チタン~酸化ジルコニウム複合 ることができるが、これらに限定されない。酸化物半導 ものである。上記酸化物半導体としては、倒えば、二酸 化チタン、酸化ハフニウム、酸化ジルコニウム、チタン 盤化物または酸化珪素-酸化チタン複合酸化物等を挙げ 体は、ルチル型二酸化チタンまたはアナターゼ型二酸化 チタンであることができ、特に、酸化物半導体は、アナ ターゼ型二酸化チタンであることが、奥用性が高いとい う観点から好ましい。

が二酸化チタンである場合、「「「「外地媒は、X線回折 (XRD) により得られる回入。「プーン中にアナターゼ [0010] 代表的な酸化物半導体であるアナターゼ型 性を有する触媒アナターゼ型二酸化チタンであって安定 した酸森太路を有するものである。また、酸化物半導体 二酸化チタンの場合、上配光触媒は、可視光照射下で活

D) により得られる回折パターン中にアナターゼ型二酸 型二酸化チタン以外のパターンを実質的に有さない二酸 化チタンからなるものであること、及びX線回折(XR 化チタン及びルチル型二酸化チタンの両方のパターンを 有する、アナターゼ型二酸化チタンとルチル型二酸化チ タンとが協在する二酸化チタンからなるものてあること

[0011] 以下、敵化物半導体がアナターゼ型二酸化 チタンの場合について説明する。本発明で用いる光触媒 X線光電子分光法により得られるチタンの2p電子に帰 **ရされるピークの面積に対する、チタンと結合している** 登穽の1s 亀子に帰属されるピークの面積の比 (○1s /Ti2p) により特定でき、例えば1. 99以下であ 大路の安定性は、本発明の触媒が、例えば、酸素大路を 有するアナターゼ型二酸化チタンである場合、大気中に であるアナターゼ型二酸化チタンの酸素欠陥の程度は、 5~1. 95の範囲である。また、酸化物半導体の酸素 じることは知られているが、水繋ガス還元により得られ る。より好ましい面積比 (O1s/Ti2p) は、1. 故屋しても、例えば、上記面領比 (O1s/Ti2p) 戯化チタンを水葉ガスにより遠元すると、酸素欠陥が生 る酸森久損は極めて不安定で、空気中では、短時間に消 失する。しかし、本発明で用いる光触媒が有する酸森欠 **始は極めて安定であり、実験結果によれば、大気中に放** 聞しても少なくとも半年は安定である。また、この檢媒 を光角媒反応に使用しても、上記敵寮欠陥が短期間に消 失することはなく、始集として安定的に使用することが が1週間以上実質的に一定していることを意味する。

一ゼ型が3.2eV、ルチル型が3.0eVであり、い [0012] 二酸化チタンのバンドギャップは、アナタ ずれも紫外線によってのみ活性化されるが、本発明で使 用する光勉媒は、二酸化チタンの特の紫外線下における 上記光触媒の可視光による光活性化の程度は、酸森大陥 **虽等により変化するが、アナターゼ型二酸化チタンの場** 合、例えば、400mm以上の光をカットしたブラック ライト光照射下における活性を100とした場合、42 おける活性は、少なくとも5はあり、通常20以上であ は、アナターゼ型二酸化チタンの場合、アナターゼ型二 0 n m 以下の光をカットしたハロゲンヲンブ光照射下に 光活性に加えて可視光のみによっても光活性化される。 る。さらに、本発明の光触媒の可視光照射下での活性 敬化チタンが本来有する酸化活性または遠元活性であ

化照射下でNO×酸化活性を有することを意味する。従 [0013]また、本発明で用いる光触媒の可視光開射 Fでの活性とは、少なくとも400~600nmの可視 来のアナターゼ型酸化チタンは、上記パンドギャップを 有するため、400mm付近の可視光線に対しては、あ る程度の活性を有する。しかし、500nmを超える6

00mm付近までの波長域の可視光線に対して光触媒活 性を示す触媒はこれまでに知られていない。例えば、水 **ネプラズマ処理方法またはやガス類元森プラズマ処理方** 法で得られる上記光触媒は、破長360nmの光を照射 した時に得られるNO×酸化活性(NO除去活性)を1 00とすると、改長460mmの光を照射した時に得ら れるNO×酸化活性 (NO除去活性) は、少なくとも3 0であり、好ましくは50以上であり、最も好ましくは 60以上である。また、改長560nmの光を照射した 時に得られるNO×酸化活性(NO除去活性)は、少な くともちであり、好ましくは10以上であり、最も好ま しくは15以上である。

360nmの光を照射した時に得られるNO×酸化活性 [0014] 光触媒の活性が高いと自われている石原産 葉(株) 製のアナターゼ型酸化チタンにおいては、波長 (NO除去活性)を100とすると、波長460nmの 光を照射した時に得られるNO×酸化活性(NO除去活 **6性)の砌定には、光顔として300Wキセノンランプ** 性) はほぼのであり、故長560mmの光については全 〈活性を示さない。尚、上記NO×酸化活性(NO除去 を用い、日本分光製服射装置により半値幅20mmの単 色光を用いた。例えば、故長360nm、460nm及 び560nmの光は、いずれも半値幅20nmの単色光

[0015] このような、600nm付近までの波長域 値が2. 003~4であるシグナルは真空中、77Kに 2. 003~4であるシグナルが規則され、かつこの8 おいて少なくとも420nm~600nm範囲の波長の 光を開射下で測定した場合、上配暗黒下で測定された場 る。上配条件下におけるESRにおいて測定される、g 値が2. 003~4であるシグナルは、酸化チタンの酸 **寮欠陥に帰属されるシグナルであることは、これまでも** 知られている。しかるに、上記シグナルが、420nm 上記時用下で遡定された場合より強度が大きくなる場合 に、可視光活性の優れた光触媒となることはこれまでに の可視光線に対して光触媒活性を示す触媒は、例えば、 安定な酸素欠陥を有する酸化チタンであって、真空中、 77K、暗黒下で閲定されたESRにおいて、8値が 合よりシグナルの強度が大きいものであることが出来 ~600mm範囲の波長の光を照射下で測定した場合、 知られていない。

【0018】 真空中、77K、暗黒下で割定されたg値 m範囲の放長の光を照射下で測定したg値が2, 003 空中、77Kにおいて少なくとも420nm~600n は、1を超えることが好ましく、より好ましくは、比率 が2. 003~4であるESRシグナルの強度10と真 ~4であるESRシグナルの強度11との比略(11/10)

[「]暗黒下で測定されたESRにおいて、8 値が1.96を (1L/10)は1. 3以上であり、さらに好ましくは1. 5 WATER 3以上であり、さらに好ましくは1.5 以上である。さらに、上記に加えて、其空中、77K、 年間では到ります。

示すTi3+に帰属されるシグナルが実質的に観測されな い物であることが、可視光活性に優れた光触媒であると いう概点からは好ましい。

暗黒下で適応されたESRにおいて、8値が1.96を 示すT! 3+に帰属されるシグナルが模測される、T! 3+ を実質的に含有する光触媒を用いることが好ましい場合 もある。Ti3+を実質的に含有する光灿媒は、Ti3+に 帰属されるシグナルが実質的に観測されない光触媒に比 ペて、可視光活性は劣るが、防薬効果が高いという観点 [0017] 但し、用途によっては、真空中、77K、 からは好ましい。

[0018] 酸化物半導体が二酸化チタン以外の酸化物 半導体である場合も同様であり、紫外線下における光活 性に加えて可視光のみによっても光活性化され、可観光 5. 本発明で使用する光触媒の可視光照射下での活性 による光活性化の程度は、酸素欠陥型等により変化す は、防磁活性である。

[0019] さらに、本発明に使用する光触媒である上 記蔵化物半導体粒子の粒子径は、本発明のコーティング の脳厚等と得られるコーティングの防癌効果等を考慮し あることが適当である。但し、コーティングの厚き等を て適宜決定することができる。光触媒粒子は、2次粒子 **筑田であることができるが、 高い防盗を有するという観** の平均粒子径が、例えば、0、05~10μmの範囲で ||次粒子径の平均粒子径は、例えば、1~300nmの る。酸化物半斑体がアナターゼ型二酸化チタンの場合、 点から、1次粒子径の平均粒子径は10m以下であること **4億して、この範囲に限られることなく適宜秩定やき** が好ましい。また、2次粒子の平均粒子径は、例えば 0. 1~5 μ回の範囲であることが適当である。

ば、酸化物半導体を水森プラズマ処理または希ガス類元 [0020] 上記酸化物半導体からなる光触媒は、例え **楽プラズマ処理する方法であって、処理系内への大気の** 侵入が実質的にない状態で上記処理を行う方法より製造 することができる。上記酸化物半導体は、例えば、二酸 化チタン、酸化ジルコニウム、酸化ハフニウム、チタン 酸ストロンチウム、酸化チタン-酸化ジルコニウム複合 酸化物または酸化珪染-酸化チタン複合酸化物であるこ 数化チタンは、超式法、例えば、硫酸法で製造した二酸 とができる。また、原料として使用するアナターゼ型ニ 化チタン及び乾式法で製造した二酸化チタンであること がてきる。

半導体に、水染ガスを導入することで水素プラズやを発 マ処理は、電磁波、例えば、マイクロが、デンオ波を開射した域圧状態においた酸化物半導体に [0021] 水穀プラズマ処理は、臨磁放、倒えば、マ イクロ液やラジオ故を照射した域圧状態においた酸化物 ることで行うことができる。また、治ガス類元素プラズ 生させ、このブラズマに較化物半導体を所定時間繰縮す ガスを導入することで希ガス類元森プラズマを発生さ

3

ì

)

せ、このプラズマに酸化物半導体を所定時間暴露するこ ン、ラドンを挙げることができるが、入手が容易である という観点からはヘリウム、ネオン、アルゴン等である ば、ヘリウム、ネギン、アルゴン、クリントン、キカノ とで行うことができる。希ガス類元森としては、例え

[0022] 上記波圧状態は、例えば10トール以下で あることができ、2トール以下であることもできる。低 発生状菌を考慮して適宜決定できる。水発ガスあるいは 磁波の出力は、処理する酸化物半導体の蚤やプラズマの 帝ガス類元森ガスの導入盘は、成圧状態やプラズマの発 生状菌を考慮して適宜決定できる。また、酸化物半導体 の水袋プラズマへまたは希ガス類元森プラズマへの彜略 時間は、酸化物半導体に導入される酸素欠陥量を考慮し

は、プラズマ処理系内への大気の侵入が実質的にない状 協で行うことが好ましく、プラズマ処理系内への大気の **投入が英寅的にない状態とは、密別された系の真空度が** 1トール変化するのに少なくとも10分を受する状態を 登味する。 大気の侵入が少ない祖、厳化物半導体への酸 [0023] 酸化物半導体から光触媒を製造する方法 算欠陥の導入は容易になる。

水森以外のガスを含むこともでき、そのようなガスとし ては、例えば、希ガス類元業を挙げることができる。本 発明の製造方法では、水森プラズマまたは希ガス顕元森 プラズマを用いれば、酸化物半導体へ酸素欠陥を導入す ることができ、例えば、水珠プラズマに対する希ガス類 元幸の共存は餃奈久餡の導入に必須ではない。また、希 ガス類元券プラズマについても同様であり、希ガス類元 **ネプラズマに、所置により、希ガス類元楽以外のガスを** 含むこともでき、そのようなガスとしては、例えば、水 茶を挙げることができる。但し、帯ガス類元衆プラズマ [0024]また、上記水楽プラズマは、所留により、 に対する水素の共存は酸素欠陥の導入に必須ではない。

[0025] 酸化物半導体から光触媒は、酸化物半導体 の表面の少なくとも一部に、希ガス類元弟イオンをイオ ン柱入する方法によっても製造することができる。 イオ ン注入法は、半導体産業で使用されている方法及び装置 注入すべき希ガス類元辞イオンの登及び酸化物半導体の 質類等により適宜決定できる。尚、 希ガス類元禁として ン、キセノン、ラドンを挙げることができるが、入年が 容易であるという観点からはヘリウム、ネオン、アルゴ ン等であることが好ましい。尚、上記方法以外に、酸化 物半導体から光始媒は、酸化物半導体の装面にX線また を用いて行うことができる。尚、イオン注入の条件は、 は、例えば、ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプト

[0026] さらに、上記光射影は、酸化物半導体を真 空下、加船する方法によって(大変)することができる。

はUVb以下の改長の紫外線を照射することでも作毀す

ることができる。

酸森欠陥が形成され、可視光吸収を起こすことは知られ ンが可視光照射下で活性を有する触媒であることは知ら れていない。上記製法は、例えば、アナターゼ型二酸化 ている。しかるに、これら酸漿火焔を有する二般化チタ チタンを1トール以下の異空下、400℃以上に加熱す **度により適宜決定できるが、1トールの真空下、400** る方法であることができる。処理時間は、真空度及び塩 と、または髙真空下で、加船水穿還元することにより、 例えば、二酸化チタンを高真空下で、加熱処理するこ **ででの処理では30分~1時間であることができる。**

[0027] 前述のようにアナターゼ型二酸化チタンを 水砕プラズマや袷ガス類元砕プラズや処理したものある 可視光照射下で活性を有する触媒となるが、ルチル型ニ ン酸ストロンチウム等も、実施例に示すように、水器ブ ラズマや帝ガス類元案プラズマ処理あるいはイオン注入 いはイオン注入したものは、安定した酸素大陥を有し、 蟄化チタン、酸化ジルコニウム、酸化ハウフニム、チタ 大きく、 実用レベルの光柏⋢として機能はないと考えら れていた。ところが、上記製造方法により水業プラズマ 酸化ジルコニウムは、半導体ではあるがパソパギ ヤゥプが と、可視光照射下で活性を有する触媒となることが判明 することで、可視光照射下で活性を有する触媒となる。 や希ガス類元素プラズマ処理あるいはイオン注入する

[0028] 水袋プラズマや粘ガス類元森プラズマ処理 **あるいはイオン注入した敬化ジルコニウムは、ESCA** による表面分析の結果、微量の炭化ジルコニウムと酸素 **大陥の生成が悶められた。ルチル型二酸化チタンは、紫** 外光照射下では光触媒としての機能はあるが、719~4、型 に活性が比べて劣るために光勉媒として使用された実徴 はない。しかし、上記製造方法により水菜プラズマや希 ガス樹元雑プラズマあるいはイオン往入処理すると、可 た。酸化ハウフニムやチタン酸ストロンチウムも、従来 は可視光照射下での活性は知られていないが、安定な酸 寮久陥を有する烛媒では、可視光照射下での活性が確認 視光照射下でも活性を有する触媒となることが判明し

【0029】本発明のコーティングに使用する有機ポリ 有協ポリシロキサン化合物は、有機建業化合物の加水分 降的として公知の物質であり、例えば、特開平8-16 4334号公報、特開平8-67835号公報、特開平 8-155308号公報、特開平10-66830号公 報、特許第2756474号等に配載のものをそのまま 有機珪築化合物を加水分解物であるが、有機珪森化合物 挙げることができる。アルキル基及びアルコキシ基を有 する有機建築化合物を加水分解物も公知であり、例えば ツロキサン化合物の重縮合物について以下に説明する。 としては、アルキル基及びアルコキシ基を有するものを 使用することができる。有機ポリシロキサン化合物は、 R³nSi (0R²) 4-nで表される有機建築化合物を加水分解す

ば、炭素数1~8の低級アルキル基であることができ、得 られるコーティングの協強度を考慮すると、RIは炭素数 1~3の低級アルキル基、好ましくはメチル基であること 56適当である。上記式中のnは、0~2の慇懃であり、具 体的には、少なくともnが1及び2の有機珪森化合物の 協合物の加水分解物 (3次元架植物) を用いることが膜強 ることにより得られる。RJ及びR2は、それぞれ、例え 政策を考慮すると適当である。

[0030] 上配有機珪藻化合物としては、例えば、メ キシシラン、メチルトリクロルシラン、メチルトリプロ ムシラン:エチルトリメトキシシラン、エチルトリエト メチルトリインプロポキシシラン、メチルトリィーブト キシシラン、エチルトリインプロポキシシラン、エチル トリヒーブトキシシラン、エチルトリクロルシラン、エ リインプロポキシシラン、ロープロピルトリェーブトキ チルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシンラン、 ン、ロープロピルトリエトキシシラン、ロープロピルト ン、ローヘキシルトリエトキシシラン、ローヘキシルト シシラン、nープロピルトリクロルシラン、nープロピ リインプロポキシシラン、ローヘキシルトリェーブトキ チルトリプロムシラン:ロープロピルトリメトキシシラ ローデンルトリエトキシシラン、ローデンルトリインブ ソプロポキシシラン、ローオクタデシルトリェーブトキ アトラエトキシシラン、テトラブトキシシラン、ジメト キシジエトキシション・ジメケルジメトキシション、ジ シシラン、ローヘキシルトリクロルシラン、ローヘキシ タデシルトリエトキシシラン、ローオクタデシルトリイ ロポキシシラン、ローデシルトリェーブトキシシラン、 nーデンケトリクロルシテン、nーデンルトリプロムシ ラン:ローオクタデシルトリメトキシンラン、ローオク シシラン、nーオクタデシルトリクロルンラン、nーオ メチルジエトキシンラン、ゝーグリンドキンプロピルメ チルジメトキシシラン、ァーグリシドキシプロピルメチ **ルジエトキシシラン、ャーグリシドキシプロピルトリメ** トキシシテン、ァーグリシドキシプロピルトリエトキシ シラン、ャーグリシドキシプロピルトリインプロポキシ シラン、ァーグリシドキシプロピルトリェーブトキシシ ルトリプロムシラン:ローデシルトリメトキシシラン、 クタデシルトリプロムシラン、テトラメトキシシラン、 ルトリプロムシラン:ローヘキシルトリメトキシシラ ラン等を挙げることができる。

するためには、3次元架樹型シロキサンを10モル%以上 [0031] コーティングの良好な硬度と平滑性を磁像 含有させるのが好ましく、全量を3次元架橋型シロキサ ンとすることもできる。更に、良好な硬度と平冶性を強 保しながら鐘膜の充分な可機性を提供するためには、2 **大元架橋型シロキサンを60モル%以下含有させるのが好** ましい。尚、シロキサン結合を有する有機ポリシロキサ ン化合物に替えて、シラザン結合を有するオルガノポリ 「アンプル合物に替えて、シフサン配合を4すらオルンプンシデン化合物を使用することも可能である。

合物の加水分解物である有機ポリシロキサン化合物及び 【0032】本発明のコーティングは、上配有機珪素化 光髄媒粉末を掲合し、敛膜とした役、加熱して有機ポリ シロキサン化合物を少なくとも部分的に重縮合させるこ とで得ることができる。重縮合のための加熱条件は、有 明のコーティングにおいて、有機ポリシロキサン化合物 95~95:5の範囲とすることができる。但し、頤の強度や の咀縮合物と酸化物半導体粒子との重盘比は、例えば6: 光触媒活性を考慮すると、上記範囲は、30:70~30:70の **範囲であることが適当である。本発明のコーティングの** 厚みは特に制限はなく、高い防薬効果を得るという観点 からは、例えば、5~20μmの範囲とすることが適当 き、例えば60~260℃の範囲とすることができる。本鵄 **始ポリシロキサン化合物の超類や含有位、さらにはコ−** アイングを加す基体の耐解性等を考慮して適宜秩定で

棋である酸化物半導体粒子と被反応物との接触頻度を高 る。コロイド状酸化物としてはコロイド状シリカを挙げ ことができる。コロイド状酸化物は、微粒子であること からコーティングの投面資を高め(多孔性にする)、光粧 めることができる。本発明のコーティングは、さらに吸 が、これらに限定されるものではない。コーティングに 吸着剤を含有させることが、コーティングの光触媒能を 潜剤をさらに含有することもできる。 吸遊剤としては、 [0033] 本発明のコーティングは、上記成分以外 に、コロイド状酸化物をさらに含有させることができ 別えば、ゼオライト及び活性炭を挙げることができる 向上させることができる。

[0034] 本発明は、上記本発明のコーティングを基 しては、防磁効果を必要とする物品であり、例えば、境 材表面に散けたことを特徴とする物品に関する。基材と 防、櫛、河川若しくは湖等の馥草、防波堤若しくは緯油 植若しくは枝核等の樹脚外面、避漿物の外壁面、屋 **根外面屋上面、窓ガラス外面若しくは窓ガラス内面、部 屋の壁面、床面若しくは天井面、ブラインド、道路の訪** プールの相内壁若しくは底部、プールサイドの床面、ま たは船舶の船底、外蹬者しくはデッキ等であることがで **糜盤、トンネルの内壁、照明灯の外面岩しくは反射面、**

【0035】本発明のコーティングは、有機ポリシロキ サン化合物の重縮合物と酸紫欠陥を有さない酸化物半導 体粒子からなる膜を形成し、この膜の表面を、前配のよ **うに水砕プラズを処理等のプラズを処理あるいイオン社** 入することで、コーティングに含まれる酸化物半導体を 安定な酸器欠陥を有する光触媒とすることで、本発明の コーティング及び物品を得ることもできる。

[0036] 本発明のコーティングは、例えば、防盗塩 や限岸のような薬を生じる環境下にあっても、可視光を含む光照針下であれば、藁の器生を実施。 10回できる。可視光を含む光は、太陽光線または、一光線である。

9

8

Fターム(参考) 4D050 AA01 AA06 AA08 AA10 AB06

BC06 BC09

46028 CA01 CB08 CC03 CD02 CD04

4G069 AA03 AA08 BA00 BA03A

BA22A BA22B BA48A BB04A BB06A BC12A BC50A BC51A

BC52A BE32A BE32B CD10 EA07 EB18Y EB19 EC22X

BAO4A BAO4B BAO5A BA20A

4J038 DL021 DL031 HA216 HA446

JC32 KA04 NA05

EC27 FA03 FB44 FB58

特 BJ 2001-88220 (P2001-88220A)

ことができる。人工光線調は、可視光を含む光を供給できるものであればよく、倒えば、蛍光灯、白熊灯、ハロゲンランプからの光線であることができる。 【0037】

|英雄例| 以下、本発明を実施例によりさらに詳細に脱

你执应1

7ナターゼ型二酸化チタン粉末 (60メッシュ以下) 108を200m1の石英型反応管に収容した。この石英型反応管をプラスマ発生装置に接続し、系内を真空が、ブで排気した後、400Wの電磁波 (2.450Hz)を反応管内のアナターゼ型二酸化チタン粉末に開射し、デスラーコイルによってプラスマを発生させた。そして、H2ガス (流盘を30m1/分)を系内の圧力が約1トールとなるように導入した。反応管内のアナターセ型二酸化チタン粉末を提伸しなが630分面処理したなお、プラズマ処理系は、ガスを導入せず、かつボンプでの排気も断急した状態で真空度が1トール上昇するのに40分を更した。

[0038] 移られたアナターセ型二酸化チタン粉末を X線光電子分光法 (XPS) により、チタンの2 p 紹子 に路頭されるビーク (458、8 e V (Ti2p 3/ 2) 及び464、6 e V (Ti2p 1/2) の面積とチ タンと結合している酸漿の1 s 紹子に帰属されるビーク (531、7 e V (01 s) の面積とを求めた。 得られ た面積比 (01 s/Ti2p) は、1.91であった。 尚、プラズマ処理しないアナターセ型二酸化チタン粉末 の面積比 (01 s/Ti2p) は、2.00であった。 また、この試料を1週間大気中に放展した後に上記と同 様に適定した面積比 (01 s/Ti2p) は、2.00であった。 また、この試料を1週間大気中に放展した後に上記と同 様に適定した面積比 (01 s/Ti2p) も、1.91 であった。さらに、この試料の1カ月後の面積比 (01 s/Ti2p) にも変化はなかった。また、上配プラズマ処理前の試料及び処理後の試料をX線回光可能に付し

た結果、プラズマ処理の間及び後で、アナターセ型二酸化チタンに変化は見られなかった。また、上記プラズマ処理値の解析のERスペクトルを認定した。 異な、上記プラスペリールを関係した。 異空中、 7.1 K、 時間下で認定された E.R.に おいて、プラズマ処理後の解析には、 処理前の解析に載いて、プラズマ処理後の解析には、 必要前の解析に関 割されなかった 8 値が 1.9 8 を示す T. 13 に結画される シングナルが観測された。 即ち、参考例 10 倍度(プラズマ処理したアナターセ型二酸化チタン)は、 通常のアナターセ型二酸化チタン(は、 通常のアナターセ型二酸化チタン(は、 通常のアナターセ型二酸化チタン(は、 通常のアナターセ型二酸化チタン)は、 通常のアナターセ型二酸化チタン(は、 加熱のアナターセ型二酸化チタン)は、 通常のアナターセ型二酸化チタン(は、 加熱により減少した。

[0039] 実施例] (防衛試験)

バインダーとしてアルコキシシランボバインダー (オキツキ (株) 製) を用いた。このメインダーは、メチャリメトキシシラン100重量部とコロイド状シリカの水分較液(固形分30%)100重量部との組合物を加水分解して顕璧されたものである。このバインダー100gと参鳴倒10サンブル50gと組合し、得られた組合物にインプロビルアルコール50gを加えて数幹とした。この数幹を、細数用コンクリート平板(JIS A 5304、15×15×6cm)に別毛を用いて塗布し、180でで20分間段

インノロピルブルコール508を加えて飽料とした。この整料を、超数用コンクリード平板(JIS A 5304、15 X15名6cm)に別毛を用いて飽新し、1807で20分別収録させたものを飲料とした。上配作型した防薬用除料は、存水の銀水相中に発露する、海水ツ・ヤー中に発露する、海水ツ・ヤー中に発露する、海域の方法でもれぞれ年間放置した。放置前及び放置後の財料は、外環接査(汚れの盤)で比較した。結果を表れに示す。飲料の比較のため、プラズマ処理を行なわない原料(未処理のアナター・世型酸化チタン(石原産業(株)取51-01))を用い塗料としコンクリート平板に別手を用いて塗布し作型した試料を回線の試験を行い結果を用いて塗布し作型した試料を回線の試験を行い結果を用

1 年

 故歴前
 故歴後

 集協例 1
 쒌装直後と同様
 ほとんど変化なし

 比較例 1
 強装直後と同様
 疑の生成が軽しく緑色を呈している

[0041] [発明の効果] 本発明によれば、可視光活性を有する光 丝媒材する的数用コーティングを絶供することができ

る。このコーティングを用いることで、超々の物品に防 磁光効果を付与することができる。

フロントページの結め

(51) Int. Cl. 7

C04B 41/64 41/84 C09D 5/16

数别配券

F I C O 4 B 41/64 41/84

5/16

C 0 9 D

デマコード (物格)